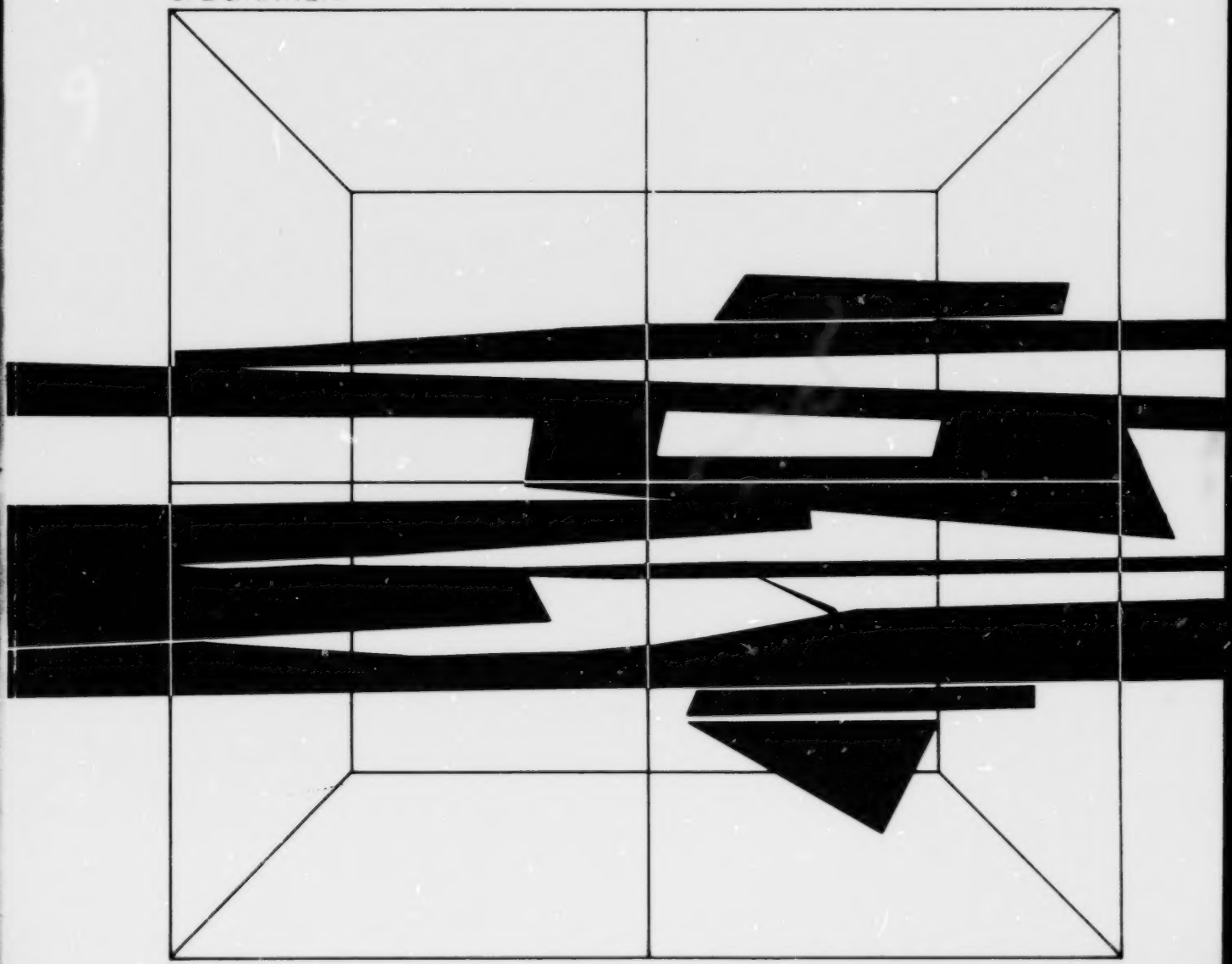
Étude de l'amiante dans l'air ambiant des villes minières du Québec
1re partie — Étude méthodologique

1885
1985

SPE 3/AP/RQ/1F



Environment Canada
Environmental Protection Service

Environnement Canada
Service de la protection de l'environnement

Canada

National Parks Centennial

1885

1985

Centenaire des parcs nationaux

1885 – 1985:
100 years of Heritage Conservation

Canada s first national park was established in 1885 at Banff, Alberta. Today there are national parks and national historic parks in every province and territory. The National Parks Centennial is an occasion to renew our commitment to preserve examples of our heritage unimpaired for the benefit of all Canadians.

ÉTUDE DE L'AMIANTE DANS L'AIR AMBIANT

DES VILLES MINIÈRES DU QUÉBEC

1re PARTIE

ÉTUDE MÉTHODOLOGIQUE

PAR

P. Sébastien, M. Plourde, R. Robb, M. Ross
de l'Université McGill

pour

Le Service de la protection de l'environnement
Région du Québec
Montréal (Québec)
H3G 1N2

Rapport SPE 3/AP/1F/RQ

Juillet 1984

©
Ministre des Approvisionnements et Services
Nº de cat. En 49-5/3-RQ1F
ISBN 0-662-93132-7

AVIS DE RÉVISION

Ce rapport a été revu par le Service de la protection de l'environnement, Région du Québec, et approuvé pour publication. Il ne faut pas pour autant conclure qu'il reflète nécessairement les vues et les politiques du Service. La mention de certains produits ou marques de commerce ne doit pas non plus être interprétée comme une recommandation aux utilisateurs éventuels.

COMMENTAIRES

Les lecteurs qui désirent formuler des commentaires au sujet du présent rapport sont priés de s'adresser à :

Mme Breda Nadon, ing.
Service de la protection de l'environnement
Environnement Canada
Région du Québec

RÉSUMÉ

Une étude méthodologique a été effectuée en vue de comparer les méthodes dites "directe" et "indirecte" de mesure de la pollution atmosphérique par l'amiante. Ces deux méthodes sont semblables, en ce sens que toutes deux recourent au microscope électronique à transmission analytique (META) pour identifier, dénombrer et mesurer les particules d'amiante, mais elles diffèrent par la façon dont les échantillons sont préparés avant l'observation au microscope. Selon la méthode directe, les particules retenues sur la face du prélèvement d'une membrane Millipore^{R} sont "répliquées" dans un film de carbone qui est ensuite transféré sur une grille de META. Par la méthode indirecte, la membrane est incinérée à basse température, puis les cendres sont soumises à une agitation par ultra-sons dans un bain d'eau, et elles sont redéposées sur une membrane Nuclepore^{R} pour être enfin transférées sur une grille dans un film de carbone.

L'analyse s'est surtout attachée à déterminer la granulométrie en nombre des particules de chrysotile. Sur la base de leurs dimensions mesurées directement sur l'écran, les particules ont été distribuées dans une matrice granulométrique (15 x 15) divisée en quatre blocs (fibres courtes, fibres de Stanton, fibres "optiques", particules isométriques). Une distinction morphologique a été établie entre les fibres, les faisceaux et les agrégats.

Les deux méthodes ont été comparées en analysant 17 membranes provenant de Black Lake (site n^{o} 736), Thetford Mines (site n^{o} 722) et Montréal (site n^{o} 012). L'appareil de prélèvement était un "Connecticut Lo-Vol", programmé pour atteindre une densité de filtration de 1 m^3 d'air par cm^2 de membrane. Trois modes de prélèvement ont été testés : (a) quatre heures de prélèvement par jour pendant deux semaines, (b) une journée de prélèvement continu, (c) quatre heures de prélèvement par jour pendant une semaine.

Au total, 68 analyses par META ont été réalisées et 6429 particules de chrysotile ont été dénombrées au total. Toutes les membranes filtrantes ont pu être analysées par la méthode indirecte, mais seules six membranes utilisées dans les modes (b) et (c) ont pu être analysées par la méthode directe. Ces membranes étaient moins chargées en particules à cause soit d'une durée de prélèvement plus courte [mode (c)], soit par manque de prélèvement "passif" [mode (b)]. La méthode directe n'a pas détecté de quantités importantes d'amiante sur les deux membranes provenant de Montréal. Les

quatre autres membranes venaient des villes minières et la comparaison des résultats obtenus par les deux méthodes a révélé que la méthode d'observation au microscope a un effet important :

(a) les teneurs en fines particules de chrysotile peuvent être jusqu'à 100 fois plus élevées, en utilisant la méthode indirecte. La génération de ces fines particules par la méthode indirecte elle-même et la difficulté que présente leur observation par la méthode directe sont deux explications plausibles de ce phénomène.

(b) Avec la méthode indirecte, lorsqu'on utilise le protocole de numération des particules, les nombreuses particules fines monopolisent l'effort analytique au détriment de l'observation des entités morphologiques et dimensionnelles les moins nombreuses, comme les longues fibres ou les faisceaux de chrysotile.

Comparé à cet effet de la méthode, celui de la durée du traitement aux ultrasons, dans la méthode indirecte, paraît négligeable. En moyenne, entre les temps courts (1 à 7 minutes) et les temps longs (deux heures), les teneurs en fines particules ne sont que trois fois plus élevées lorsque la durée est longue. Les faisceaux de chrysotile semblent ne pas se dissocier.

Étant donné qu'il est important de bien mesurer les niveaux de pollution par les longues fibres, on propose d'utiliser pour l'étude principale, une méthode indirecte modifiée comme suit :

- La densité de filtration sur les filtres Nuclepore^{R} sera augmentée et standardisée.

- La durée de traitement aux ultrasons sera limitée à 7 minutes.

- Seules les particules dont la longueur dépasse 5 microns seront analysées.

- L'aliquote analysée sera augmentée afin d'atteindre la limite de détection d'une particule par litre.

ABSTRACT

A methodological study was carried out in order to compare the characteristics of two methods for measuring asbestos air pollution, known as the direct and indirect methods. The two methods are similar in that both make use of analytical electron microscopy (ATEM) to identify, count and measure asbestos particles. They differ in the procedure by which samples are prepared for microscopy. In the direct method, the particles trapped on the sampling surface of a Millipore^{R} membrane filter are "replicated" in a carbon film which is transferred to a ATEM grid. In the indirect method, the membrane is first ashed at low temperature. The ashes are then mechanically agitated by ultrasound in a water bath, redeposited on a Nuclepore^{R} filter, and transferred to ATEM grids.

The main objective of the analysis was to determine the numerical concentration and number-size distribution of chrysotile particles. On the basis of their dimensions, measured directly on the screen, the particles were distributed into a granulometric matrix (15 x 15) which was divided into four blocks (short fibres, "Stanton fibres", "optic fibres", isometric particles). A morphological distinction was made between the fibres, bundles and aggregates.

The two methods were compared by analysing 17 membrane filters taken at Black Lake (Site #736), Thetford Mines (Site #722), and Montreal (Site #012). The sampling instrument was a "Connecticut Lo-Vol", programmed to provide a filtration density of 1 m^3 of air per cm^2 of membrane. Three sampling modes were tested: (a) four hours of sampling per day for two weeks; (b) one day of continuous sampling; (c) four hours of sampling per day for one week.

Sixty-eight ATEM examinations were carried out and 6429 chrysotile particles were counted in total. Although it was possible to analyse all the filters by the indirect method, only six of the membrane filters obtained in the (b) and (c) sampling modes could be analysed by the direct method. These filters were less heavily loaded with particles, owing either to a shorter sampling duration (mode (c)) or to the absence of "passive" sampling (mode (b)). The direct method did not detect significant amounts of asbestos on the two filters taken in Montreal. Comparison of the data obtained from the other four filters, taken in the mining towns and analysed according to one or the other method, revealed a significant "method effect":

(a) The reported concentrations of fine chrysotile particles may be up to 100 times higher with the indirect method. Two possible explanations for this are that these fine particles may be generated by the indirect method and that they are difficult to observe by the direct method.

(b) Because of the protocol for particle counting, the many fine particles monopolize the analytic effort in the indirect method so that the less frequent morphological entities and particle sizes, such as long fibres and chrysotile bundles, tend to be neglected.

Compared with the "method effect", the effect of duration of ultrasound treatment in the indirect method appears negligible. Fine particle concentrations increased by a factor of only three on the average as duration increased from short (one to seven minutes) to long (two hours). Chrysotile bundles appear to be preserved.

Because it is important to have good measurements of levels of pollution by long fibres, it is proposed that an indirect method, modified as follows, be used for the main study:

- filtration density of the Nuclepore^{R} filters will be increased and standardized;

- the duration of ultrasound treatment will be limited to seven minutes;

- only particles longer than 5 µm will be analysed;

- the size of the aliquot for analysis will be increased so as to reach the detection limit of one particle per litre.

REMERCIEMENTS

Les chercheurs remercient Environnement Canada pour le financement et l'organisation de cette étude, l'aide technique apportée pour les prélèvement d'air et la publication du rapport. Ils expriment en particulier leurs plus vifs remerciements à Madame Breda Nadon (ingénieur de projet) et à M. Tanny Wypruk (technologue) pour la coopération et l'expertise dont ils ont fait preuve.

TABLE DES MATIÈRES

RÉSUMÉ/ABSTRACT v

REMERCIEMENTS ix

LISTE DES TABLEAUX xii

LISTE DES FIGURES xiii

1 AVANT-PROPOS 1

2 PROTOCOLE DE L'ÉTUDE MÉTHODOLOGIQUE 3
- 2.1 Prélèvements 3
- 2.2 Analyses effectuées 5
- 2.3 Préparation des membranes filtrantes en vue de leur analyse par la méthode indirecte 6
- 2.4 Préparation des membranes filtrantes en vue de leur analyse suivant la méthode indirecte spéciale 9
- 2.5 Préparation des membranes filtrantes en vue de leur analyse suivant la méthode directe 9
- 2.6 Analyse des grilles 9

3 RÉSULTATS ET DISCUSSION 15
- 3.1 Difficultés de la méthode directe 15
- 3.2 Comparaison de la méthode directe avec la méthode indirecte 20
- 3.3 Méthode indirecte : influence de la durée du traitement aux ultrasons 32

4 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS 38

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 41

LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU 1 - Membrane utilisée pour l'étude méthodologique 7

TABLEAU 2 - Analyses effectuées 8

TABLEAU 3 - Traitement informatique des données microscopiques 14

TABLEAU 4 - Black Lake - Site nº 736 - Particules de chrysotile analysées 16

TABLEAU 5 - Thetford Mines - Site nº 722 - Particules de chrysotile analysées 17

TABLEAU 6 - Montréal - Site nº 012 - Particules de chrysotile analysées 18

TABLEAU 7 - Comparaison entre la méthode directe et la méthode indirecte - Concentrations numériques (particules/litre) dans les classes de la matrice granulométrique 22

TABLEAU 8 - Observations au microscope et comparaison des deux méthodes 25

TABLEAU 9 - Méthode indirecte - Influence du traitement aux ultrasons sur la nature des observations au microscope - Pourcentage d'observations classées "fibres" 27

TABLEAU 10 - Teneur en courtes fibres de chrysotile (fibres/litre) observée par les deux méthodes 30

TABLEAU 11 - Limite de détection et nature des observations au microscope 33

TABLEAU 12 - Méthode indirecte - Influence de la durée du traitement aux ultrasons sur le nombre de particules (par litre) observées au microscope 34

LISTE DES TABLEAUX (suite)

TABLEAU 13 - Méthode indirecte - Influence de la durée du traitement aux ultrasons sur le nombre de particules (par litre) observées au microscope 35

TABLEAU 14 - Méthode indirecte - Influence du traitement aux ultrasons sur la nature des observations au microscope - Pourcentage de particules observées, classées "fibres de Stanton" 37

LISTE DES FIGURES

FIGURE 1 - Vue du "Connecticut Lo-Vol" et de ses accessoires 4

FIGURE 2 - Réplique d'une membrane Nuclepore^{R} dans la méthode indirecte (2a) et d'une membrane Millipore^{R} dans la méthode directe 10

FIGURE 3 - Classification utilisée pour la description morphologique des particules de chrysotile 12

FIGURE 4 - Matrice granulométrique 13

FIGURE 5 - Évolution chronologique de la pollution et mode de prélèvement 19

FIGURE 6 - Exemples de particules de chrysotile recueillies sur des membranes à Black Lake et Thetford Mines, et analysées par la méthode directe 21

FIGURE 7 - Exemples de particules de chrysotile recueillies sur des membranes à Black Lake et Thetford Mines, et analysées par la méthode directe 24

FIGURE 8 - Méthode indirecte - Faiseau de fibres de chrysotile persistant après 7 minutes de traitement aux ultrasons 26

FIGURE 9 - Comparaison entre la méthode directe et la méthode indirecte - Distribution des diamètres 29

1 AVANT-PROPOS

Les motifs sous-jacents à une étude méthodologique préalable à l'étude principale ont été exposés dans les documents initiaux (réunion plénière, document justificatif, proposition technique [1,2]. À l'époque, la situation était la suivante :

(a) Le but de l'étude principale était d'obtenir sur une période d'une année, des données utiles sur la pollution atmosphérique par l'amiante en des lieux précis de Black Lake, Thetford Mines, Asbestos, Montréal et Saint-Étienne.

(b) Il était admis que la méthode la plus appropriée consisterait à observer au microscope électronique à transmission analytique (META) les fibres collectées sur membranes filtrantes (3).

(c) Les sites de prélèvement seraient ceux déjà utilisés par Environnement Québec.

(d) Les appareils de prélèvement seraient des "Connecticut Lo-Vol" modifiés, déjà acquis et testés par l'École de Santé au Travail de l'Université McGill (4).

(e) Deux principaux types de méthodes (méthode directe et méthode indirecte) pouvaient être envisagées pour l'analyse par META des fibres collectées sur membranes filtrantes (5,6).

(f) Pour plusieurs raisons, il avait été décidé, dès le début, d'utiliser la méthode dite indirecte pour procéder à l'étude principale.

(g) Aucune étude n'avait été réalisée jusqu'alors pour comparer les résultats obtenus par les deux méthodes. Comme il y avait des raisons de penser que les résultats fournis par l'une et l'autre méthode pouvaient être différents, et comme plusieurs laboratoires utilisaient soit des méthodes directes, soit des méthodes indirectes, cette absence d'étude comparée des méthodes apparaissait particulièrement critique.

C'est dans ce contexte, et afin d'augmenter la portée de l'étude principale, qu'a été prise la décision d'entreprendre une étude préalable des méthodes et de les comparer sur la base de leurs mérites, performances et résultats. Trois objectifs spécifiques avaient alors été identifiés :

(a) déterminer les conditions optimales d'utilisation de la méthode indirecte devant servir lors de l'étude principale;

(b) étudier les modifications des granulométries et teneurs initiales lors de la préparation des membranes filtrantes suivant la méthode indirecte;

(c) étudier la distribution de la masse d'amiante entre les entités morphologiques de description microscopique facile (fibres) et les autres (agrégats, faisceaux).

Il a été convenu qu'après examen du présent rapport, Environnement Canada nous ferait part de son choix quant au protocole d'analyse des échantillons de l'étude principale. Le présent rapport tente de présenter d'une façon concise les résultats de l'étude méthodologique nécessaires à la prise rapide d'une décision concernant le protocole à adopter lors de l'étude principale.

2 PROTOCOLE DE L'ÉTUDE MÉTHODOLOGIQUE

2.1 Prélèvements

Les prélèvements ont débuté à la mi-janvier sur les neuf (9) sites de l'étude principale. Sur trois d'entre eux (Black Lake nº 736, Thetford Mines nº 722, Montréal nº 012), un deuxième appareil a été installé afin d'obtenir les 18 (6 séries par site) membranes nécessaires pour effectuer l'étude méthodologique (voir Tableau 1).

La photographie à la Figure 1 montre un appareil de prélèvement "Connecticut Lo-Vol". Une enceinte métallique abrite le cadre rectangulaire supérieur dans lequel est installé une membrane filtrante d'une superficie de 400 cm^2 (Millipore^R, porosité 0,45 micron), une pompe à palette contrôlée par une minuterie et ayant un débit volumétrique de l'ordre de 110 litres/minute et un compteur à gaz pour l'enregistrement du volume normalisé (pour la température seulement) d'air filtré. La photographie ne montre pas la canalisation d'échappement installée pour éjecter l'air filtré à distance respectable et éviter le risque de retour de cet air dans l'appareil et donc de sous-estimation des niveaux de pollution. Le "Connecticut Lo-Vol" peut fonctionner sans arrêt pendant quatre semaines avec la même membrane. Sur le site on peut détecter, à l'aide d'un manomètre Magnehelic^R, toute anomalie dans la ligne de pompage et déterminer le débit volumétrique instantané. La prise d'air est constituée par l'espace rectangulaire situé entre la partie supérieure de l'enceinte et le toit. À notre connaissance, l'efficacité de collecte obtenue avec une telle entrée d'air n'a jamais été déterminée (7).

La stratégie initiale consistait, au cours de l'étude méthodologique, à filtrer à travers chaque membrane environ 400 m^3 d'air, afin d'atteindre une densité de filtration de 1 m^3 d'air/cm^2 de membrane, densité réputée optimale pour l'analyse des membranes par la méthode directe (8). Une telle densité de filtration correspondait à environ (60) heures de prélèvement par un "Connecticut Lo-Vol" opérant à un débit volumique moyen de 110 litres/minute, période courte par rapport aux 620 heures (4 semaines) de prélèvement envisagées pour chaque membrane pour l'étude principale. Afin de conserver les conditions de prélèvement, il a été décidé d'utiliser le même débit volumique (110 litres/minute) pour les études méthodologique et principale.

Dans une première période, trois séries consécutives de membranes (voir Tableau 1) ont été obtenues sur chaque site en distribuant les 60 heures de prélèvement sur une période de deux semaines, les appareils n'opérant que quatre heures chaque jour de 7 h à 9 h et de 16 h à 18 h; un interrupteur horaire programmant le fonctionnement de la pompe a permis la réalisation d'un

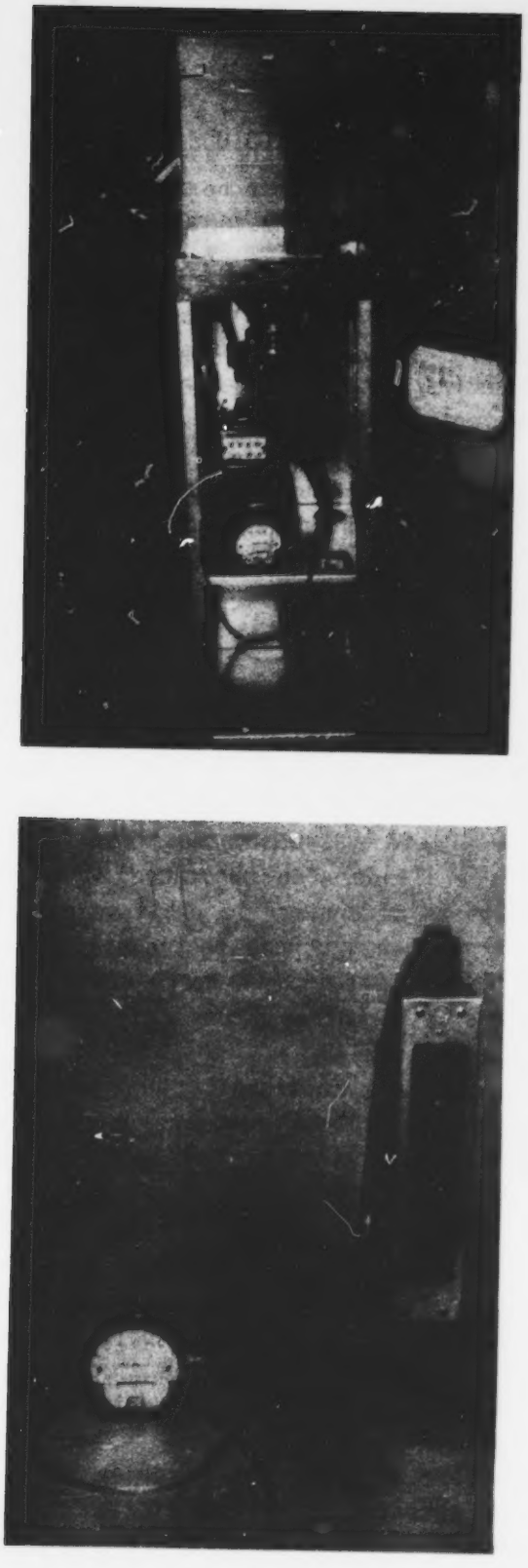


Figure 1 - Vue du "Connecticut Lo-Vol" et de ses accessoires
(Manomètre Magnehelic®, débitmètre)

tel prélèvement discontinu. Avec ce mode de prélèvement, les appareils ne fonctionnaient pas pendant une proportion élevée (83 %) du temps. Afin d'explorer les possibilités de "prélèvement passif" durant ce temps mort, la quatrième série de membranes a été obtenue par un prélèvement continu pendant une journée. Pour la cinquième série, le mode de prélèvement discontinu (4 heures/jour) a été de nouveau utilisé mais sur une période d'une semaine seulement, pour que les membranes soient moins chargées. Enfin, la sixième série a été obtenue d'une façon similaire au mode de prélèvement des trois premières séries.

Après les améliorations apportées au cours de l'étude, les échantillonneurs ont donné satisfaction. Toutefois, le prélèvement effectué avec la membrane n^{o} 21 a été défectueux et cette membrane n'a pu être analysée.

2.2 Analyses effectuées

Le protocole initial prévoyait l'analyse conjointe de chaque membrane par une méthode directe, deux méthodes indirectes et une méthode gravimétrique (voir la proposition technique). En mars 1984, au vu des premiers résultats il a été décidé de réviser le protocole. À cette date, les trois premières séries de membranes étaient disponibles et avaient été analysées par les deux méthodes indirectes. Malheureusement, leur analyse par la méthode directe s'était révélée impossible. Les membranes étaient si chargées en particules qu'il était impossible de faire un échantillon-réplique sur un film de carbone. Plusieurs importantes et judicieuses décisions ont été prises :

(a) Les membranes qui ne peuvent pas être analysées par la méthode directe seront analysées par une méthode indirecte utilisant de courtes périodes de traitement aux ultrasons. On espérait ainsi obtenir des informations sur les stades initiaux de séparation des fibres de chrysotile.

(b) Une série de prélèvements continus sur membranes sera effectuée afin d'obtenir des informations sur l'importance du "prélèvement passif".

(c) Une série de membranes moins chargées devra être obtenue dans l'espoir qu'elles permettront d'utiliser la méthode directe.

(d) Dans la méthode gravimétrique, la phase de traitement chimique des cendres sera exclue du protocole, la séparation des fibres étant seulement assurée par un traitement prolongé (2 heures) aux ultrasons.

Ce protocole révisé semblait particulièrement intéressant à plusieurs égards. Il prévoyait des méthodologies analytiques moins disparates et permettait notamment d'étudier l'influence de la durée du traitement aux ultrasons sur une période plus longue. Il permettait d'espérer l'obtention de membranes pouvant être analysées par la méthode directe, ce qui était le point essentiel de l'étude méthodologique. Il a conduit aux protocoles de prélèvement et d'analyse qui sont présentés aux Tableaux 1 et 2 et qui vont être détaillés ci-après.

2.3 Préparation des membranes filtrantes en vue de leur analyse par la méthode indirecte

Le protocole décrit dans la proposition technique initiale a été suivi. Cinq (5) morceaux de membrane d'environ 1 cm^2 chacun ont été découpés à des endroits du filtre choisis au hasard. Ils étaient séparés les uns des autres, la face de prélèvement sur la paroi d'un tube en verre cylindrique à grande ouverture, qui était introduit horizontalement dans la nacelle d'un incinérateur à basse température.

L'incinérateur fonctionnait pendant toute la nuit. Au matin, le vide des nacelles était rompu très doucement afin d'éviter la dispersion des cendres en dehors des tubes. Ceux-ci étaient alors remplis avec 100 ml d'eau propre (Millipore Milli-Q^R) de façon à "mouiller" toute la surface des parois, puis immergés dans un bain d'ultrasons pour une période de temps pré-établie. Les mêmes conditions physiques du traitement aux ultrasons ont été conservées tout au long de l'étude (générateur d'ultrasons, volume d'eau dans le bain, type de tube, emplacement des tubes dans le bain). En utilisant une sonde à microphone et un enregistreur, il a été déterminé que la suspension était soumise à une pression d'ultrasons de 20 000 pa, à une fréquence de 50 kHz.

Après traitement aux ultrasons, la suspension (ou une aliquote) a été filtrée à travers un filtre Nuclepore^R (aire de filtration 10 cm^2, porosité 0,2 micron). La densité de filtration (m^3 d'air/cm^2 de membrane) était ajustée de façon à fournir une densité optimale de particules pour l'observation au microscope. Elle variait entre 0,005 et 0,3 m^3 d'air/cm^2).

TABLEAU 1 - MEMBRANES PRÉLEVÉES POUR L'ÉTUDE MÉTHODOLOGIQUE

Membrane	Mode de prélèvement	Période de prélèvement	Série	Volume d'air (m^3)	Débit moyen L/min
BLACK LAKE (Site nº 736)					
07	+	17 janv. - 31 janv.	1	410,5	110,1
18	+	31 janv. - 14 fév.	2	430,3	107,2
27	+	14 fév. - 29 fév.	3	475,6	108,6
44	++	13 mars - 16 mars	4	483,4	104,4
55	+++	20 mars - 27 mars	5	200,9	105,8
60	+	27 mars - 10 avril	6	400,2	105,8
THETFORD MINES (Site nº 722)					
09	+	18 janv. - 1er fév.	1	488,4	109,3
21	+	1er fév. - 15 fév.	2	Membrane endommagée	
30	+	15 fév. - 1er mars	3	461,3	108,7
47	++	14 mars - 16 mars	4	371,6	112,9
56	+++	20 mars - 28 mars	5	247,3	113,6
61	+	28 mars - 11 avril	6	425,3	110,8
MONTRÉAL (Site nº 012)					
01	+	16 janv. - 30 janv.	1	438,8	107,2
14	+	30 janv. - 13 fév.	2	424,7	107,9
22	+	13 fév. - 27 fév.	3	416,2	112,2
38	+++	12 mars - 19 mars	5	214,2	110,8
62	+	30 mars - 12 avril	6	376,9	105,8
63	++	16 avril - 19 avril	4	472,3	89,48

Mode de prélèvement

\+ Quatre (4) heures de prélèvement par jour pendant deux semaines
++ Une journée de prélèvement continu
+++ Quatre (4) heures de prélèvement par jour pendant une semaine

TABLEAU II - ANALYSES EFFECTUÉES

Mode de prélèvement (*)	+	+	+	++	+++	+	+	
Membranes								
Black Lake	07	18	27	44	55	60	60	
Thetford Mines	09	-	30	47	56	61	09	
Montréal	01	14	22	63	38	62	-	
Méthode(**)	Indirecte 5' US	Indirecte 2' US	Indirecte 1' US	Directe	Directe	Indirecte 3' US		
	Indirecte 15' US	Indirecte 15' US	Indirecte 10' US	Directe	Directe	Indirecte 7' US	Indirecte Spéciale 7' US	
	Indirecte 30' US	Indirecte 30' US	Indirecte 20' US			Indirecte 50' US	Indirecte Spéciale 30' US	
	Indirecte 120'US	Indirecte 120' US	Indirecte 120' US	Indirecte 120' US	Indirecte 120' US	Indirecte 120' US	Indirecte Spéciale 120' US	
Nombre d'Analyses	12	8	12	9	9	12	6	68

* Voir Tableau I pour explication - ** Voir texte pour explication - US: Ultrasons

En utilisant la technique classique de l'échantillon-réplique (9), les particules retenues à la surface du filtre Nuclepore^R étaient enrobées dans un film de carbone et le film transféré sur des grilles en cuivre pour META (200 mailles/pouce d'ouverture, 3 mm de diamètre). Cinq (5) grilles ont été ainsi préparées, répliquant la partie supérieure du filtre en cinq endroits choisis au hasard. La micrographie de la Figure 2a illustre la qualité des préparations ainsi obtenues.

Pour préparer la membrane filtrante avec une durée différente de traitement aux ultrasons, cinq autres morceaux ont été découpés et l'ensemble du processus a été recommencé. Les membranes filtrantes des séries 1, 2, 3 et 6 ont été préparées suivant la méthode décrite ci-dessus. Pour chaque série, quatre durées de traitement aux ultrasons ont été utilisées (voir Tableau 2).

2.4 Préparation des membranes filtrantes en vue de leur analyse suivant la méthode indirecte spéciale

Les résultats obtenus par la méthode précédemment décrite varient pour deux raisons : la durée du traitement aux ultrasons et l'hétérogénéité de distribution des particules sur la membrane. Afin de s'affranchir de la deuxième, les membranes n^o 60 et n^o 90 ont été préparées en filtrant sur Nuclepore^R (aire de filtration 2 cm^2, porosité 0, 2 micron) des aliquotes d'une même suspension après 7,30 ou 120 minutes de traitement aux ultrasons (voir tableau 2).

2.5 Préparation des membranes filtrantes en vue de leur analyse suivant la méthode directe

Il s'agissait cette fois de répliquer directement la partie supérieure de la membrane Millipore^R (10). Dans un premier temps, on procédait à un "effondrement" de l'épaisse membrane en la soumettant à des vapeurs d'acétone dans une boîte de Pétri. Le but de cette opération était de faire disparaître la structure superficielle de la membrane. Ainsi pouvait-on ensuite faire des échantillons-répliques des particules dans un film de carbone, en utilisant une technique très similaire à celle décrite pour les filtres Nuclepore^R, ceux-ci présentaient une texture filamenteuse pouvant dans certains cas gêner l'observation des fines fibrilles.

2.6 Analyse des grilles

Les grilles ont été observées avec un META JEOL 100 CX^R équipé d'un système de microanalyse chimique élémentaire par spectroscopie dispersive

Figure 2 - Réplique d'une membrane Nuclepore® dans la méthode indirecte (2a) et d'une membrane Millipore® dans la méthode directe (2b)

en énergie de rayons-x (SDEX) PGT System IV^{R}. Comme il y avait de fortes raisons de penser que la méthode de préparation des membranes (directe ou indirecte) affecterait principalement la teneur en particules de chrysotile observées, l'analyse s'est surtout attachée à la détermination de ce paramètre. Un certain nombre d'ouvertures de grille ont été observées au grossissement direct de 16 000 x dans le mode transmission, avec une tension d'accélération de 80 kV. Les particules de chrysotile ont été identifiées en se basant soit sur leur morphologie caractéristique, soit sur leur spectre SDEX, la microdiffraction électronique a été peu utilisée. Les critères de fin d'analyse étaient : "au moins 100 particules de chrysotile comptées" ou "14 ouvertures de grilles observées".

Chaque particule de chrysotile identifiée a fait l'objet d'une classification morphologique et dimensionnelle. La distinction a été faite entre la morphologie fibreuse, facilement décrite par une longueur et un diamètre, et les autres (agrégats et faisceaux - voir Figure 3). Les dimensions cylindriques projetées ont été utilisées pour exprimer la taille des faisceaux et des agrégats : la particule observée a été inscrite dans un rectangle imaginaire dont on a mesuré la longueur et la largeur et dont les valeurs ont été attribuées à la longueur et au diamètre de la particule. Les dimensions étaient mesurées directement sur l'écran, en utilisant soit un graticule oculaire spécialement conçu pour mesurer le diamètre des fibres avec une graduation tous les 0,03 micron, soit un système de deux cercles concentriques de 10 et 50 mm de diamètre dessinés sur l'écran et permettant d'estimer les dimensions projetées en millimètres (avec le grandissement utilisé, 1 mm sur l'écran correspondait à 0,07 micron).

Un programme informatique a été écrit pour traiter les données obtenues par examen au microscope et calculer pour chaque type de particules (ex. : fibres faisceaux ou agrégats de chrysotile et autres fibres) les teneurs en particules ainsi que la distribution en masse. Les particules ont été distribuées dans une matrice granulométrique avec une division fine de 225 (15 x 15) classes dimensionnelles et une division moins fine de quatre classes dimensionnelles ayant des significations préétablies (fibres optiques (11), fibres de Stanton (12), fibres courtes, particules isométriques) (voir Figure 4). Le format de sortie des données obtenues au microscope et traitées par ordinateur est reproduit au Tableau 3.

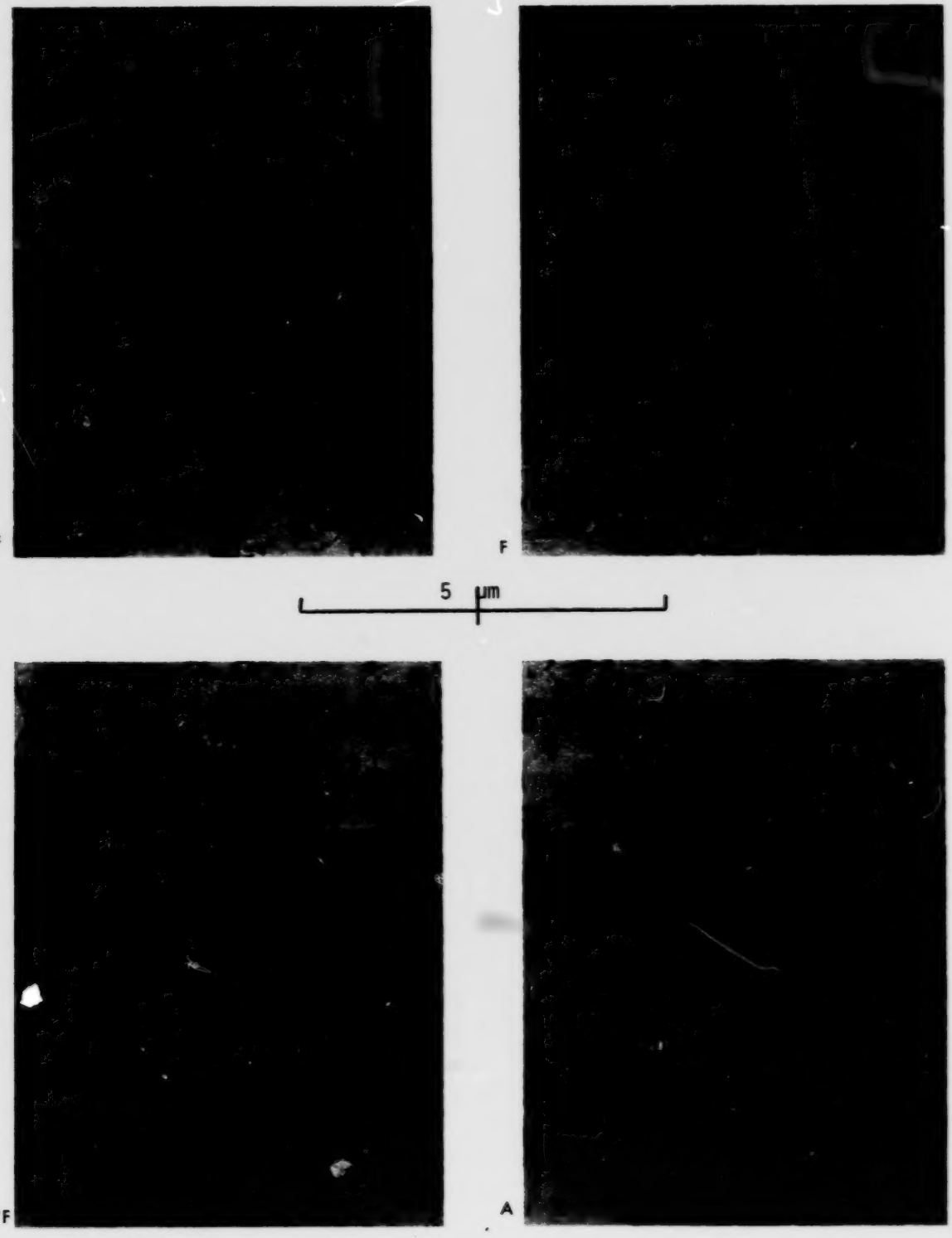


Figure 3 - Classification utilisée pour la description morphologique des particules de chrysotile.

F. Fibre
FF. Faisceau de fibres
A . Agrégat

Figure 4

Matrice granulométrique permettant de distribuer les observations microscopiques sur la base de leurs dimensions.

La graduation fine est constituée par 225 (15 x 15) classes dimensionnelles dont les limites sont en progression géométrique.

La matrice se divise en quatre blocs:

Particules isométriques. Particules dont le rapport longueur/diamètre est inférieur à 3. Les particules dont ce rapport est supérieur à 3 sont appelées fibres.

Fibres optiques. Fibres plus longues que 5 microns et visibles au microscope optique. Elles constituent la base de la réglementation en hygiène industrielle.

Fibres de Stanton. Fibres aux potentialités cancérigènes les plus fortes dans le modèle de Stanton.

Fibres courtes. Complément des trois blocs précédents.

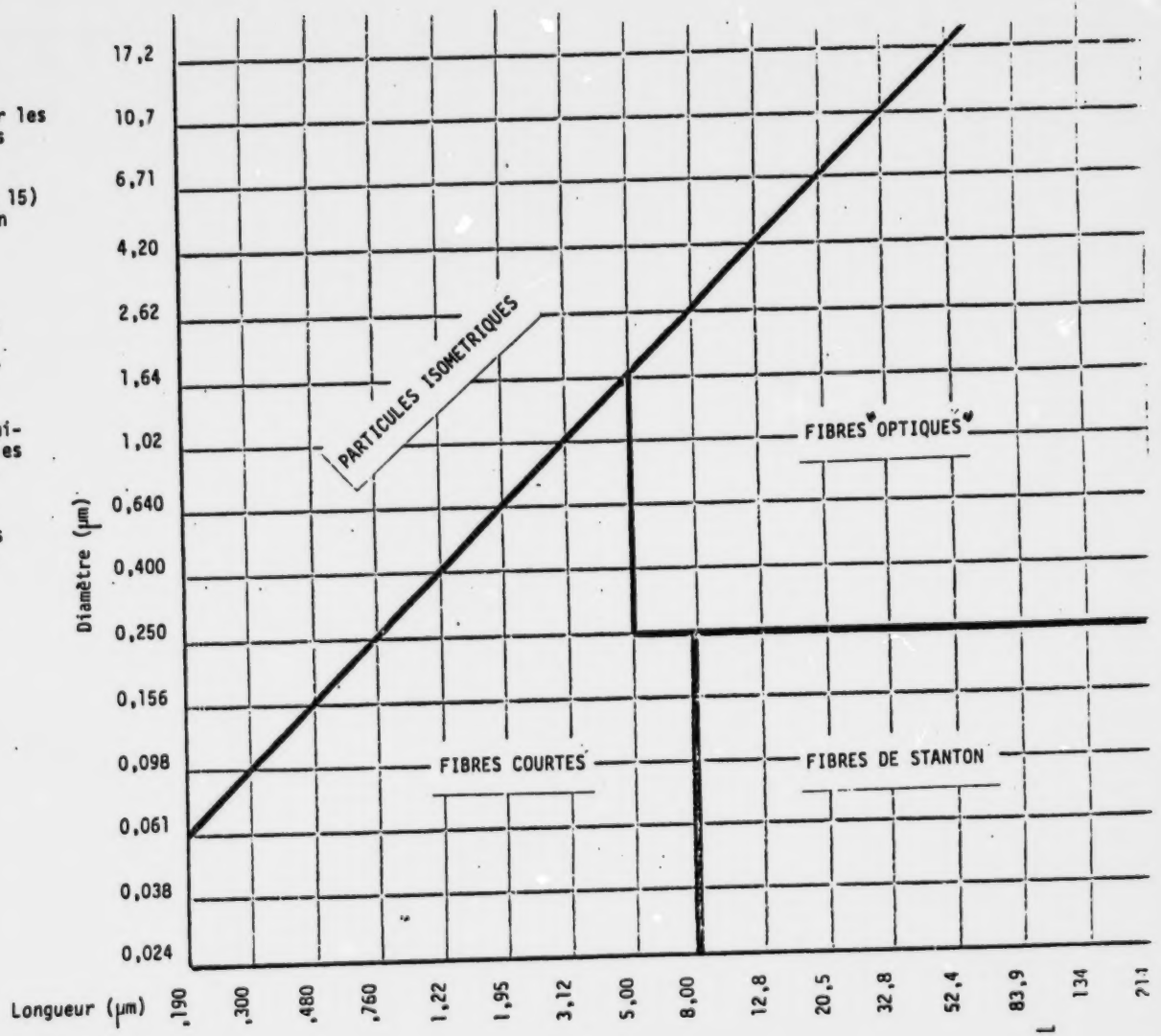


TABLEAU III TRAITEMENT INFORMATIQUE DES DONNEES MICROSCOPIQUES

```
.... VOL 9.L. AL 15 MIN. U.S. CHEVAL FIBRE

.AMPLE FILTERED ON NUCLEPORE M3   2.000 NUCLEPORE EFFECTIVE DIAMETER MM    35.0
NUMBER OF FIELDS COUNTED              1 AREA OF COUNTING FIELD MM2        .1130E-2
.ATICULE DIAMETER IN MU           .0000 MAL SCREEN MILLIMETER IN MU          .0.00
.RTICULE USED FOR SIZING DIAMETER
.EOMETRICAL MODEL USED FOR MASS CALCULATION
CONVERSION FACTOR              .5UE+05 AMOUNT ANALYSED IN M3              .1000E-04

          COUNT   LENGTH    SIZE    DIAM    DSTD        NB/M3       %NB        MASS/M3       %MS
 TOT       0      0.00     0.00    0.00    0.00      .00E+01      0.00      .000E+01      0.00
 OVER      0      0.00     0.00    0.00    0.00      .00E+01      0.00      .000E+01      0.00
 SMALL     4     10.38     1.92     .04     .02      .21E+06     1.56       .1121+01     10.43
 SMOOT   155      1.45      .91     .09     .01      .80E+07    98.44       .9E+00       89.51
 ALL     159      1.51     1.11     .09     .01      .81E+07   100.00       .1121+01     100.00

 .INGTH CLASSES   # NUMBER LENGTH DISTRIBUTION AND MASS LENGTH DISTRIBUTION ##

 LOWER   UPPER        ISO OPTIC SIMAT SMOOT    ALL        ISO OPTIC SIMAT SMOOT    ALL

   .00-    .50       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
   .50-   1.00       0.00  0.00  0.00 12.56  12.56       0.00  0.00  0.00  3.47   3.47
  1.00-   1.50       0.00  0.00  0.00 21.30  21.30       0.00  0.00  0.00  5.40   5.40
  1.50-   2.00       0.00  0.00  0.00 25.16  25.16       0.00  0.00  0.00 17.93  17.93
  2.00-   2.50       0.00  0.00  0.00 22.64  22.64       0.00  0.00  0.00 25.05  25.05
  2.50-   3.00       0.00  0.00  0.00 11.32  11.32       0.00  0.00  0.00 21.49  21.49
  3.00-   5.00       0.00  0.00  0.00  3.14   3.14       0.00  0.00  0.00  9.24   9.24
  5.00-   8.00       0.00  0.00  0.00  1.26   1.26       0.00  0.00  0.00  2.57   2.57
  8.00-  12.00       0.00  0.00  1.26  0.00   1.26       0.00  0.00  3.41  0.00   3.41
 12.00-  20.00       0.00  0.00   .63  0.00    .63       0.00  0.00  5.00  0.00   5.00
 20.00-  32.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
 32.00-  52.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
 52.00-  83.00       0.00  0.00  0.00   .63    .63       0.00  0.00  0.00 11.41  11.41
 83.00- 134.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
134.00- 214.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00

 DIAMETER CLASS   #NUMBER DIAMETER DISTRIBUTION # MASS DIAMETER DISTRIBUTION #

 LOWER   UPPER        ISO OPTIC SIMAT SMOOT    ALL        ISO OPTIC SIMAT SMOOT    ALL

   .02-    .03       0.00  0.00  1.26  7.55   8.81       0.00  0.00  1.35  1.59   2.94
   .03-    .04       0.00  0.00  1.26  5.03   6.29       0.00  0.00  0.56 50.95  51.51
   .04-    .05       0.00  0.00  0.00 13.84  13.84       0.00  0.00  0.00 26.55  26.55
   .05-    .10       0.00  0.00  0.00   .63    .63       0.00  0.00  0.00  1.41   1.41
   .10-    .20       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
   .20-    .40       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
   .40-    .80       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
   .80-   1.60       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
  1.60-   3.20       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
  3.20-   6.40       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
  6.40-  12.80       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
 12.80-  25.60       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
 25.60-  51.20       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
 51.20- 102.40       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00
102.40- 204.80       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00       0.00  0.00  0.00  0.00   0.00

 .AMPLE SCATTERGRAM # HORIZONTAL LENGTH #   VERTICAL DIAMETER # 225 SIZE CLASSES

 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  .0 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  1  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  0  0  0  5  4  1  0  0  0  0  0  0  0  0  0
 0  10 0  0  0  1  0  4  1  1  1  0  0  0  0  0
```

3 RÉSULTATS ET DISCUSSION

Comme le montre le tableau 2, 68 analyses ont été effectuées et au total 6 429 particules de chrysotile ont été identifiées et mesurées. Les données brutes sont présentées aux Tableaux 4, 5 et 6. La suite du présent document constitue une tentative d'analyse de cette masse de données en insistant sur les points pertinents à la réalisation de l'étude principale.

3.1 Difficultés de la méthode directe

L'étude méthodologique a malheureusement confirmé les inquiétudes initiales à propos de la fiabilité de la méthode directe. Il a été impossible de préparer les membranes filtrantes des trois premières séries dont la surface, trop chargée en poussières, n'a pu être reproduite sur un mince film de carbone. Par contre, les membranes des séries 4 (une journée de prélèvement continu) et 5 (quatre heures de prélèvement par jour pendant une semaine) ont pu être préparées. Si le succès de la série 5 peut s'expliquer par la densité moindre de filtration (environ 0,5 m^3 d'air filtré par cm^2 de membrane, le succès de la série 4 est d'autant difficile à expliquer, car la densité de filtration de cette série était élevée et pouvait atteindre 1,2 m^3 d'air filtré par cm^2 de membrane. Il faudrait alors admettre que malgré leur haute densité de filtration, les membranes de la série 4 étaient en fait moins chargées en particules.

Ce point est intéressant à développer quand on se rappelle que les membranes de la série 4 sont les seules à avoir été utilisées pour effectuer des prélèvements en continu, car il soulève l'hypothèse de l'existence d'un prélèvement passif pour les autres séries où la proportion de temps mort était élevée (83 %). On peut trouver à la Figure 5 des données appuyant cette hypothèse. Pour Black Lake et Thetford Mines, on constate une tendance à l'augmentation chronologique de la pollution au cours de la période de la mi-janvier à la mi-avril. Or, les deux niveaux mesurés après prélèvement continu sont en dessous de cette courbe d'évolution; le phénomène est surtout net pour Thetford Mines; on verra plus loin que le niveau rapporté pour la membrane de la troisième série à Black Lake constitue probablement une sous-estimation, ce qui irait dans le sens de l'hypothèse avancée. À Montréal, les niveaux mesurés à l'aide de membranes utilisées pour des prélèvements discontinus (4 heures/jour) sont relativement uniformes sur la période allant de la mi-janvier à la mi-avril; par contre, le prélèvement continu réalisé du 16 au 19 avril montre un niveau trois fois inférieur. Dans ces conditions, il

TABLEAU IV - BLACK LAKE - SITE N°736 - PARTICULES DE CHRYSOTILE ANALYSÉES

Série et membrane	Durée du traitement aux ultrasons (minutes)	Aliquote analysée (litre)	Décompte des Fibres				Décompte des autres particules				Total des fibres et autres
			Courtes	Stanton	"Optiques"	Total	Courtes	"Optiques"	Isométriques	Total	
1 - 07	5	0,0359	72	5		77	13		9	22	99
	15	0,0717	85	2		87	7	1	7	15	102
	30	0,0359	91	1	1	93	8	1	5	14	107
	120	0,0179	106	1		107	1		1	2	109
2 - 18	2	0,0188	81	2		83	11	2	8	21	104
	15	0,0188	155	4		159	1		5	6	165
	30	0,0188	147	7		154	3		5	8	162
	120	0,0188	132			132	13		4	17	149
3 - 27	1	0,0415	130			130	7		7	14	144
	10	0,0208	128			128			1	1	129
	20	0,0208	199	5		204	8	1	16	25	229
	120	0,0164	87	6		93	6		2	8	101
4 - 44	directe	1,1900	25	1	3	29	23	5	7	35	64
	directe	0,6820	56	1		57	4	7	25	36	93
	120	0,0210	122	6		128	3		3	6	134
5 - 55	directe	0,3900	49	2	1	52	15	2	18	35	87
	directe	0,3540	36	3	2	41	4	2	20	26	67
	120	0,0035	109	1		110	2		2	4	114
6 - 60	3	0,0087	119	2		121	11		3	14	135
	7	0,0087	127	4		131	4	1	8	13	144
	50	0,0035	132	2		134	5	1		6	140
	120	0,0035	152	10		162	5	2		7	169
6 - 60	7	0,0035	98	2		100	2		1	3	103
(Indirecte	30	0,0035	126	1		127	4		6	10	137
spéciale)	120	0,0035	157	3		160	2			2	162

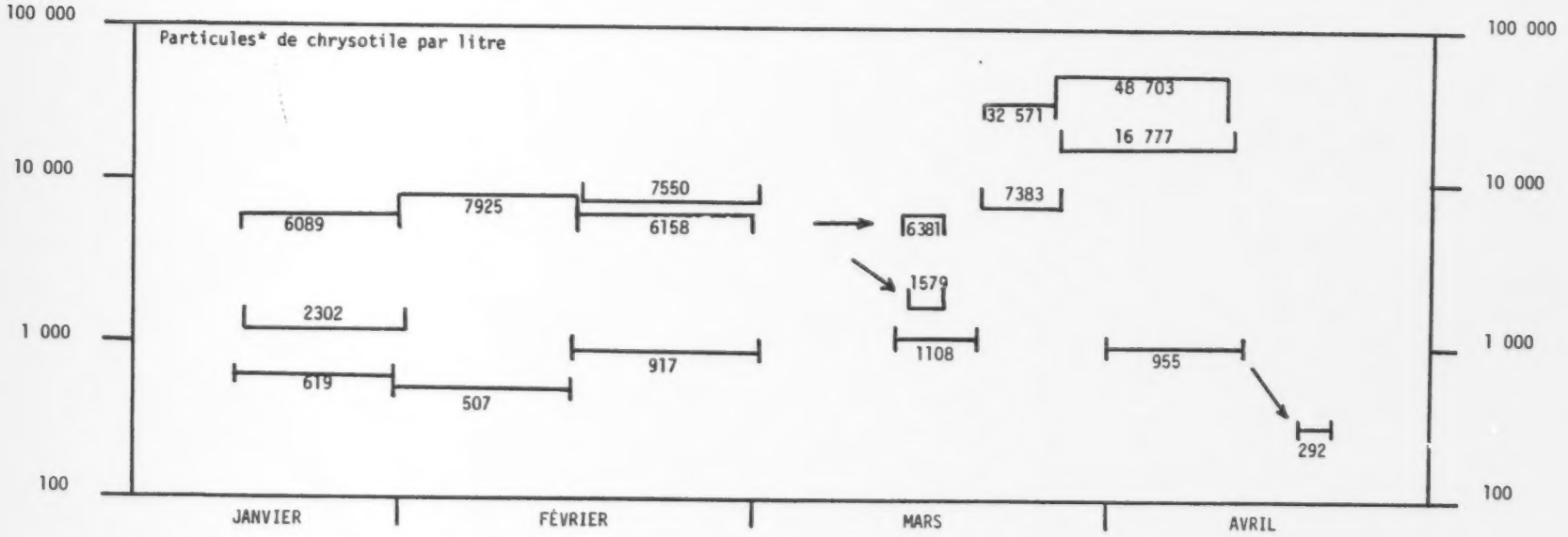
TABLEAU V - THETFORD MINES - SITE n°722 - PARTICULES DE CHRYSOTILE ANALYSÉES

Série et membrane	Durée du traitement aux ultrasons (minutes)	Aliquote analysée (litre)	Décompte des fibres				Décompte des autres particules				Total des fibres et autres
			Courtes	Stanton	"Optiques"	Total	Courtes	"Optiques"	Isométriques	Total	
1 - 09	5	0,1070	73	3		76	20		8	28	104
	15	0,1920	86	2		88	6		5	11	99
	30	0,0640	95	1		96	4	1	6	11	107
	120	0,0427	90	5		95			4	4	99
3 - 30	1	0,1000	87	1		88	4	1	7	12	100
	10	0,1000	88			88	4		8	12	100
	20	0,0620	99	1		100	2		2	4	104
	120	0,0201	142	1		143	1		7	8	151
4 - 47	directe	0,9170	7		1	8		2	4	6	14
	directe	0,9170	10		1	11	23	1		24	35
	120	0,0646	96	3		99	2		1	3	102
5 - 56	directe	0,3050	50	1		51	2	4	16	22	73
	directe	0,2620	74	1		75	3	1	11	15	90
	120	0,0214	153	5		158					158
6 - 61	3	0,0555	95	2		97	3	1	2	6	103
	7	0,0185	121	1		122	3		7	10	132
	50	0,0181	123	1		124	6		3	9	133
	120	0,0093	143	2		145	1		5	6	151
1 - 09	7	0,1500	66		1	67	6	1	8	15	82
(Indirecte	30	0,0752	90	2		92	4		4	8	100
spéciale)	120	0,0430	87	3	1	91	1		1	2	93

TABLEAU VI - MONTRÉAL - SITE n°012 - PARTICULES DE CHRYSOTILE ANALYSÉES

Série et membrane	Durée du traitement aux ultrasons (minutes)	Aliquote analysée (litre)	Décompte des fibres				Décompte des autres particules				Total des fibres et autres
			Courtes	Stanton	"Optiques"	Total	Courtes	"Optiques"	Isométriques	Total	
1 - 01	5	0,2680	14			14	5		3	8	22
	15	0,2680	29			29	6		6	12	41
	30	0,1910	69	1		70	16		13	29	99
	120	0,1340	78			78	2		3	5	83
2 - 14	2	0,2580	40	2		42	2		5	7	49
	15	0,2580	38			38	3		2	5	43
	30	0,2580	41			41	3		2	5	46
	120	0,2030	101			101			1	1	102
3 - 22	1	0,2540	24	1		25	2		2	4	29
	10	0,2540	83			83	1		3	4	87
	20	0,2540	38	1		39	1		1	2	41
	120	0,1090	88	2		90	4		6	10	100
4 - 38	directe	0,5290					1			1	1
	directe	0,5290									0
	120	0,0836	90	1		91			1	1	92
5 - 62	3	0,1640	82	1		83	1		2	3	86
	7	0,2300	68			68	3		1	4	72
	50	0,2300	29			29	1			1	30
	120	0,0904	84			84	1			1	85
6 - 63	directe	1,1700									
	directe	1,1700									
	120	0,1440	41			41	1			1	42

Figure 5 - ÉVOLUTION CHRONOLOGIQUE DE LA POLLUTION ET MODE DE PRÉLÈVEMENT



* Fibres, faisceaux de fibres et agrégats observés par la méthode indirecte après deux heures de traitement aux ultrasons.

Black Lake, Site n°736

Thetford Mines, Site n°722

Montréal, Site n°012

Les flèches identifient les niveaux mesurés après prélèvement continu pendant une journée, les autres niveaux ont été mesurés sur des membranes après prélèvement discontinu.

semble que l'hypothèse d'un prélèvement passif par "Connecticut Lo-Vol" fonctionnant avec un temps mort de 83 % ne peut être écartée. Heureusement, les membranes ayant servi à l'étude principale auront été obtenues par prélèvement continu.

Un second inconvénient de la méthode directe vient de la difficulté à faire une description microscopique des particules de chrysotile. Pour se convaincre de ces difficultés, il suffit d'observer les figures 6 et 7 en se rappelant que le but de l'analyse est de déterminer la concentration numérique gravimétrique des particules, ainsi que la distribution en nombre et en masse de ces particules. Le concept des fibres peut-il être utilisé pour décrire de telles particules? Peut-on les décrire par leur longueur et leur diamètre? À Black Lake et Montréal (échantillons n^{os} 44, 51, 46 et 57), seulement 64 % des particules de chrysotile observées par la méthode directe étaient des fibres isolées dont il était possible de mesurer la véritable longueur et le véritable diamètre. Les autres particules étaient des faisceaux ou des agrégats similaires à ceux des figures 6 et 7. Il s'agissait soit d'agglomérations de fibres de chrysotile aux morphologies compliquées, soit de particules composites associant des fibres de chrysotile et d'autres types de poussières. L'utilisation des dimensions cylindriques est apparue le seul moyen de codifier systématiquement ces observations. Toutefois, ce système de codification, en faisant abstraction de la variété morphologique des particules, conduit à une présentation trop simplifiée de la réalité.

À Montréal, l'utilisation de la méthode indirecte s'est révélée pratiquement inutile puisque sur les 4 analyses effectuées, seulement 5 particules de chrysotile ont été trouvées, soit un nombre trop faible pour calculer des concentrations. À Montréal, on n'a jamais trouvé de particules de chrysotile semblables à celles de Black Lake ou Thetford Mines qui atteignent de 30 à 50 microns. La présence de particules telles que celles illustrées par les micrographies des Figures 6 et 7 constitue, à notre avis, la composante spécifique et significative de la pollution atmosphérique par l'amiante dans les villes minières.

3.2 Comparaison de la méthode directe avec la méthode indirecte

Quelle méthode fournit les caractéristiques morphologiques et dimensionnelles des poussières les plus réalistes? L'analyse conjointe par la méthode directe et par une méthode indirecte (2 heures de traitement aux

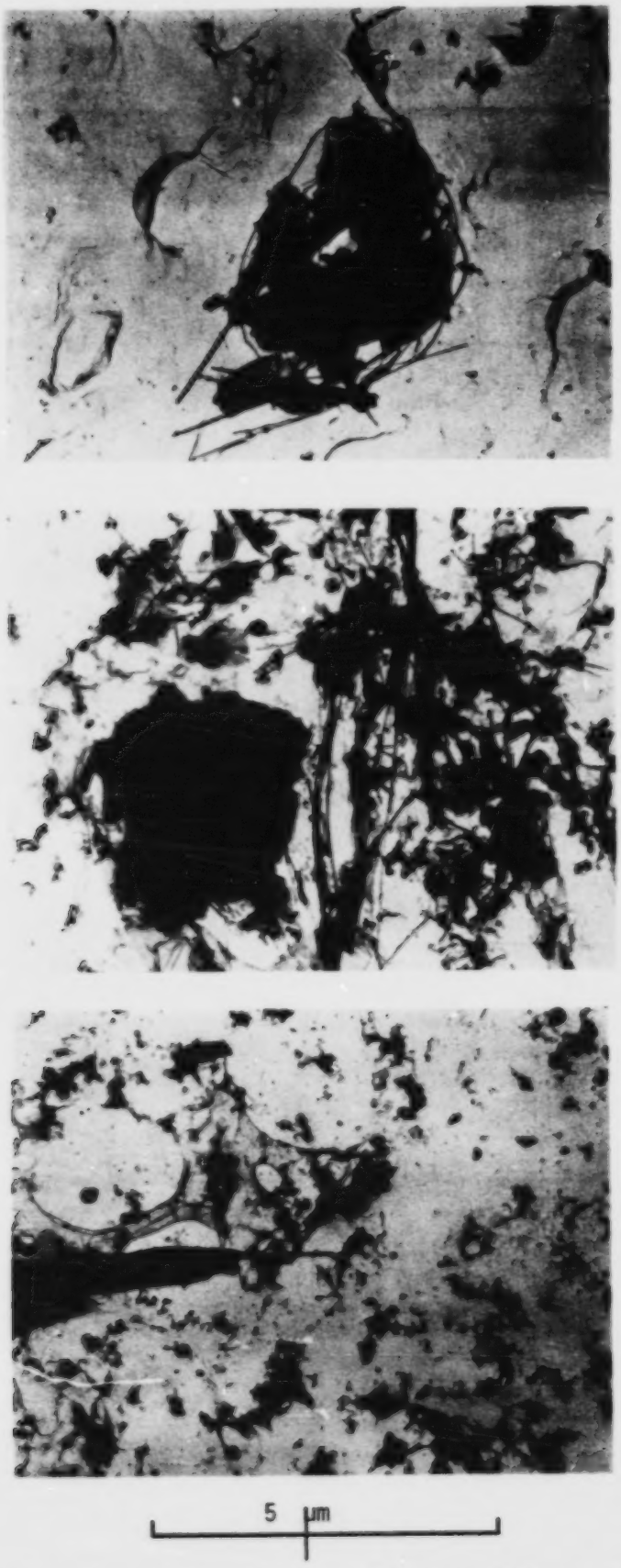


Figure 6 - Exemples de particules de chrysotile recueillies sur des membranes à Black Lake et Thetford Mines, et analysées par la méthode directe.

Figure 7 - Exemples de particules de chrysotile recueillies sur des membranes à Black Lake et Thetford Mines, et analysées par la méthode directe.

ultrasons) de quatre membranes (nos 44, 47, 55 et 56) provenant de Black Lake et Thetford Mines révèle malheureusement de très grandes différences dans les résultats obtenus par l'une et l'autre méthode :

(a) Les teneurs en particules de chrysotile rapportées peuvent être jusqu'à 150 fois plus élevées avec la méthode indirecte.

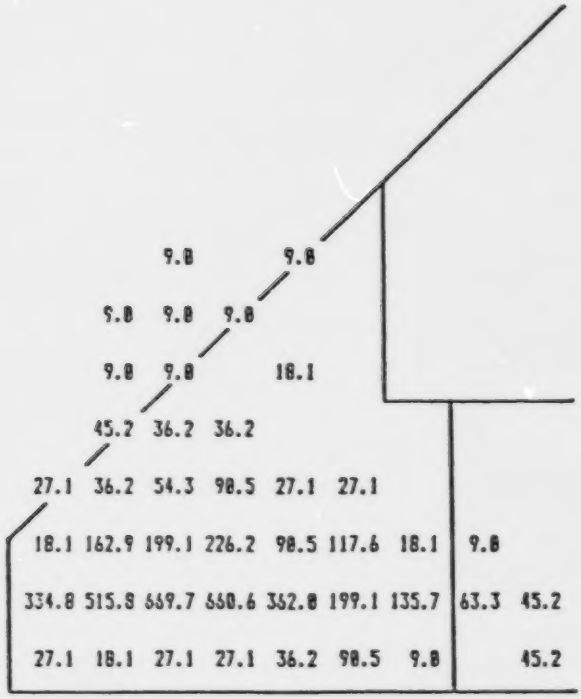
(b) Les distributions morphologiques et dimensionnelles de particules observées dans l'une et l'autre méthode sont différentes.

Les données à l'appui à l'origine de ces deux affirmations sont rassemblées dans les Tableaux 7 et 8. Le Tableau 7 présente les teneurs moyennes, en particules, pour les quatre membranes filtrantes en question, distribuées dans les 225 classes dimensionnelles de la Figure 4. Ce tableau, tel qu'il est présenté, illustre bien les nettes différences dans le nombre de particules comptées par l'une et l'autre méthode. Avec la méthode indirecte, on observe un groupement important de données dans la partie inférieure de la matrice granulométrique, groupement accompagné d'une très forte augmentation (environ 50 fois en moyenne) des teneurs en particules.

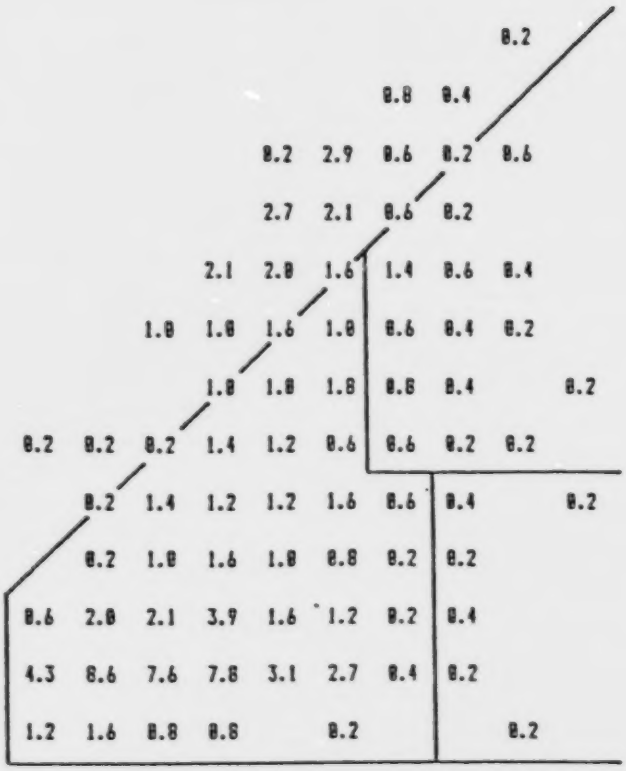
Sauf de très rares exceptions (voir Figure 8), avec la méthode indirecte on ne trouve pas de faisceaux ni d'agrégats du type de ceux illustrés sur les Figures 6 et 7. La plupart des particules observées au microscope par la méthode indirecte ont été classées "fibres courtes". Pour les quatre membranes filtrantes en question, les "fibres" constituaient plus de 95 % des fibres observées au microscope par la méthode indirecte après deux heures de traitement aux ultrasons. Il s'agissait essentiellement de fibres courtes; il n'y avait pas de fibres "optiques" et les fibres de Stanton constituaient seulement 3 % des fibres. Il est possible que si la durée du traitement aux ultrasons avait été plus court, le pourcentage de fibres eût diminué. Toutefois, comme le démontre le Tableau 9, même avec des traitements de courte durée aux ultrasons, le pourcentage de particules classées "fibres" reste élevé, aux environs de 85 %.

Par contre, avec la méthode directe, la proportion de particules classées "fibres" pouvait être aussi basse que 34 % (voir Tableau 8), le complément étant constitué par des faisceaux et des agrégats dont les dimensions sont beaucoup plus importantes que celles des faisceaux et agrégats trouvés avec la méthode indirecte (voir Tableau 7).

TABLEAU VII - COMPARAISON ENTRE LES MÉTHODES DIRECTE ET INDIRECTE - CONCENTRATIONS NUMÉRIQUES (PARTICULES*/LITRE) DANS LES CLASSES DE LA MATRICE GRANULOMÉTRIQUE



Méthode indirecte (2 heures d'ultrasons)



Méthode directe

Observations cumulatives, filtres des membranes n^{os} 44 + 55 + 47 + 56.

* Incluant les fibres, les faisceaux de fibres et les agrégats de chrysotile.

TABLEAU VIII - OBSERVATIONS AU MICROSCOPE ET COMPARAISON DES DEUX MÉTHODES

Membrane	Aliquote analysée		Particules* /litre		Proportion de fibres (%)	
	Méthode directe	Méthode indirecte **	Méthode directe	Méthode indirecte **	Méthode directe	Méthode indirecte **
44	1,872	0,021	84	6 381	55	95
55	0,744	0,003	207	32 571	60	96
47	1,834	0,065	16	1 579	34	97
56	0,667	0,021	244	7 383	77	100

* Incluant les fibres, les faisceaux de fibres et les agrégats de chrysotile.

** Comportant deux heures de traitement aux ultrasons.

Figure 8 - Méthode indirecte - Faisceau de fibres de chrysotile persistant après 7 minutes de traitement aux ultrasons.

TABLEAU IX - MÉTHODE INDIRECTE - INFLUENCE DU TRAITEMENT AUX ULTRASONS SUR LA NATURE DES OBSERVATIONS AU MICROSCOPE.* POURCENTAGE D'OBSERVATIONS CLASSÉES "FIBRES"

Membrane	Durée du traitement aux ultrasons (minutes)										
	1	2	3	5	7	10	15	20	30	50	120
07				77,7			85,3		86,9		98,2
18		79,8					94,4		95,0		88,6
27	90,3					99,2		94,3			92,1
44											95,3
55											96,5
60			89,6		90,9					95,7	95,9
60 Spéciale					97,1				92,7		98,7
09				73,1			88,9		89,7		96,9
30	88,0					88,0		96,1			94,7
47											97,0
56											100,0
61			94,2		92,4					93,2	96,0
09 Spéciale					81,7				92,0		97,8
Moyenne (Écart-type)			86,8 (7,6)					92,2 (3,9)			95,9 (2,9)

* Ne tient compte que du chrysotile.

Quelles sont les origines de ces différences dans les particules observées au microscope par l'une et l'autre méthode pour l'analyse de membranes provenant de Black Lake et Thetford Mines? La Figure 9, montrant la distribution des teneurs en particules dans plusieurs classes de diamètre, est une autre illustration de ces différences. Dans le cas de la méthode directe, la distribution n'a pas une forme simple, il y a notamment un renflement dans la région des forts diamètres, provenant certainement de l'observation de larges particules, mais aussi probablement de l'utilisation de coordonnés cylindriques. Dans le cas de la méthode indirecte la courbe montre des teneurs en particules beaucoup plus élevées et a une forme plus régulière, les diamètres observés n'excédant pas 1 micron et dans cette région les teneurs en particules approchent de la limite de détection.

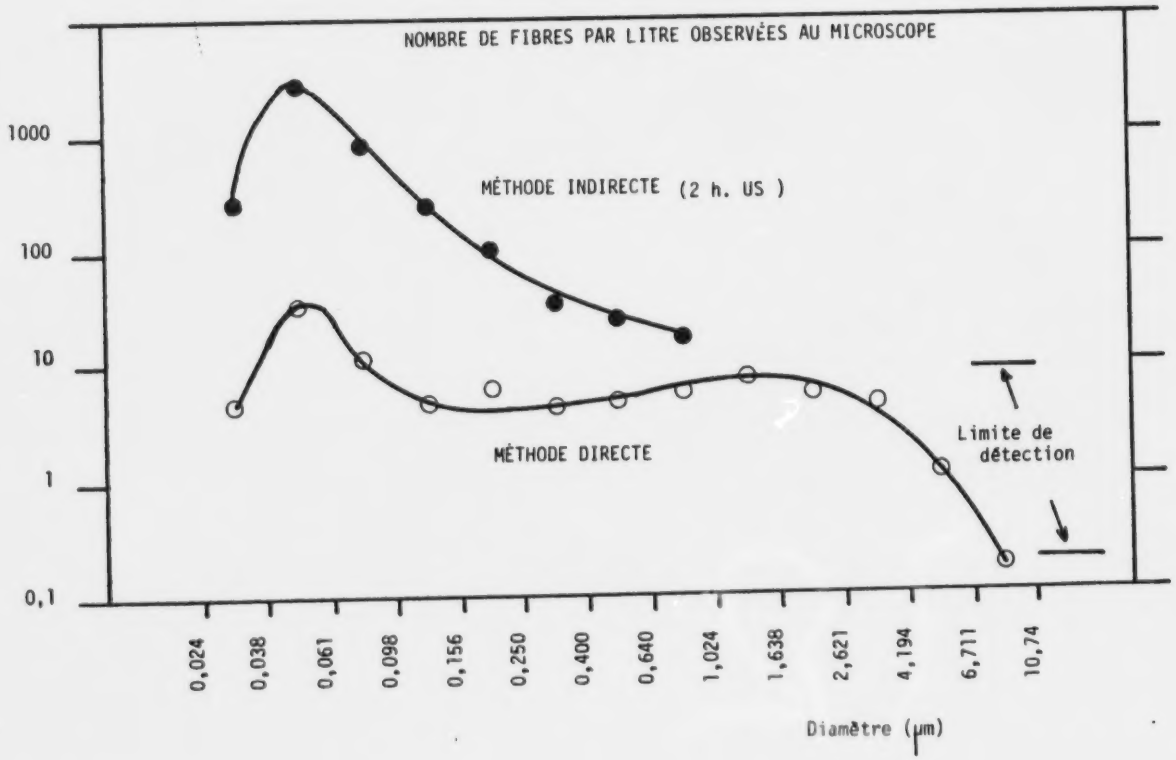
Pour tenter d'expliquer les données de la Figure 9, on peut imaginer le scénario suivant. Dans un premier temps, l'incinération libère de fines fibres coagulées avec des particules organiques ou ayant pénétré à l'intérieur de la structure de la membrane filtrante; ensuite la mise en suspension aqueuse et le traitement aux ultrasons libèrent des fibres prises dans les faisceaux et les agrégats. Ces trois faits conjugués (incinération, mise en suspension, traitement aux ultrasons) accroissent le nombre des fines fibres qui deviennent les plus nombreuses. Comme l'analyse se termine lorsque 100 fibres ont été comptées au microscope, les fibres les plus nombreuses sont celles ayant la plus forte probabilité d'être prise en compte par l'analyse qui a ainsi tendance à ignorer les entités moins nombreuses, comme des faisceaux de fibres ou des agrégats qui auraient perdu un peu de leurs fibres, mais qui persisteraient même après le traitement aux ultrasons. Ainsi, la production en abondance de fibres courtes et fines pourrait expliquer à la fois l'augmentation du nombre des particules observées au microscope et le fait que de larges particules n'ont pas été observées par la méthode indirecte.

L'hypothèse de la production des fibres courtes observées par la méthode indirecte est confirmée par les données du Tableau 10. On constate qu'il s'agit d'un phénomène important, variable suivant les échantillons, mais qui en moyenne conduit à multiplier par 50 la teneur en particules observée au microscope . On verra plus loin que, comparé à cet effet, celui de la durée du traitement aux ultrasons est négligeable.

À ce stade, il est impossible de déclarer que les faisceaux et agrégats d'un diamètre supérieur à 1 micron sont encore présents ou non après le traitement aux ultrasons. À supposer qu'ils subsistent, il faudrait pour

FIGURE 9 - COMPARAISON ENTRE LA MÉTHODE DIRECTE ET LA MÉTHODE*INDIRECTE

DISTRIBUTION DES DIAMÈTRES



* Incluant les fibres, les faisceaux de fibres et les agrégats de chrysotile.

TABLEAU X - TENEUR EN COURTES FIBRES DE CHRYSOTILE (FIBRES/LITRE) OBSERVÉE PAR LES DEUX MÉTHODES

Membrane	Méthode directe	Méthode indirecte*
44	43	5809
55	114	31142
47	9	1477
56	218	7286

* Comportant deux heures de traitement aux ultrasons.

pouvoir les observer correctement, abaisser d'un facteur de 10 la limite de détection de la méthode indirecte, c'est-à-dire terminer l'analyse après avoir compté au microscope 1000 particules, ce qui est pratiquement irréalisable. On pourrait toutefois documenter ce point en combinant les observations réalisées sur toutes les membranes analysées par la méthode indirecte. Le nombre total de ces observations avoisinant 5 000, la détection globale devrait être suffisante pour décrire le phénomène avec précision. Ce travail reste à faire pour l'ensemble des 225 classes dimensionnelles et il aboutirait à un schéma du même type que celui du Tableau 7. À titre d'exemple, ce travail de compilation a été fait pour la catégorie des fibres "optiques", catégorie intéressante puisqu'elle rassemble de larges particules. Les données sont rapportées au Tableau 11 qui illustre deux points essentiels :

(a) Il confirme que le seuil de détection de la méthode indirecte est beaucoup plus élevé que le seuil de détection de la méthode directe. Ainsi, après avoir effectué 38 analyses par la méthode indirecte à Black Lake et Thetford Mines et observé 4 752 particules, l'aliquote totale analysée n'était que de 1,5357 litre. Par contre, après avoir effectué seulement 16 analyses par la méthode directe et observé 503 particules, l'aliquote totale analysée était 5,0170 litres.

(b) Il montre qu'en abaissant le seuil de détection de la méthode indirecte, on parvient à décrire les entités relativement moins nombreuses, comme les grandes fibres "optiques", et obtenir pour ce type des teneurs en particules très proches de celles mesurées par la méthode directe.

Le scénario précédemment décrit laisse supposer que la méthode directe donne des résultats plus proches de la réalité et tente d'expliquer comment le protocole de la méthode indirecte amenait une distorsion de la teneur initiale en particules et leur distribution granulométrique. On peut imaginer un second scénario qui, à l'inverse, situerait la vérité du côté de la méthode indirecte en dénonçant les "artéfacts" d'observation par la méthode directe. Avec une telle hypothèse de travail, on interprète les données de la Figure 9 comme une sous-estimation des teneurs en fines particules par la méthode directe. La micrographie à la Figure 2b, ainsi que d'autres considérations, fournissent plusieurs arguments en faveur de cette hypothèse :

(a) Il existe très souvent avec la méthode directe un effet de "masquage" important, dû à la présence de larges particules sur la membrane.

(b) La réplique de la membrane Millipore^{R} possède une texture qui complique l'observation et peut conduire à une sous-estimation des fines particules.

(c) Apparemment, certaines parties de la membrane ne sont pas ou sont mal reproduites, laissant dans le film de carbone des espaces qui ne contiennent pas de particule.

(d) Des fines particules peuvent pénétrer dans la membrane filtrante lors du prélèvement et donc ne pas être "récupérées" par le film de carbone qui ne réplique que la surface de la membrane.

Comme il est difficile de quantifier les phénomènes précédemment décrits, il est difficile de dire si leur ampleur est suffisante pour expliquer les différences dans les teneurs en fines particules rapportées par les deux méthodes. Notons cependant que la conjugaison des deux types de phénomène - production de fines particules par la méthode indirecte et sous-estimation des fines particules par la méthode directe - est probablement à l'origine des différences dans les teneurs en fines particules rapportées par les deux méthodes.

Ce scénario ne s'applique pas aux grandes particules, révélées seulement par la méthode directe. Comme on l'a vu précédemment, des considérations statistiques sur les limites de détection (voir Tableau XI) pourraient expliquer cette absence apparente de grandes particules sur certaines membranes analysées par la méthode indirecte.

Enfin, rappelons que les hypothèses exposées dans la présente section ne sont valables que pour les prélèvements dans les villes minières, puisqu'à Montréal par la méthode directe le nombre de particules observées au microscope était insuffisant.

3.3 Méthode indirecte : influence de la durée du traitement aux ultrasons

L'examen des Tableaux 9, 12 et 13 montre qu'en moyenne les teneurs en particules rapportées augmentent avec la durée de traitement aux ultrasons et que c'est surtout le nombre des courtes fibrilles qui augmente.

Afin de simuler les conditions d'analyse de l'étude principale, la première série d'expériences a utilisé pour chaque durée de traitement des lots distincts de cinq morceaux découpés dans la membrane. Dans de telles

TABLEAU XI - LIMITE DE DÉTECTION ET NATURE DES OBSERVATIONS AU MICROSCOPE

Membrane	Méthode indirecte *			Méthode directe		
	Aliquote analysée (litre)	Observations ** au microscope	Fibres "optiques"	Aliquote analysée (litre)	Observations ** au microscope	Fibres "optiques"
07	0,1614	417	3			
18	0,0752	580	2			
27	0,0995	603	1			
44	0,0210	134	0	1,872	157	15
55	0,0035	114	0	0,744	154	7
60	0,0244	588	1			
60 Spéciale	0,0105	402	0			
09	0,4060	409	1			
30	0,2800	455	1			
47	0,0650	102	0	1,834	29	5
56	0,0210	158	0	0,567	163	6
61	0,1000	519	1			
09 Spéciale	0,2682	271	3			
Total	1,5357	4752	13 (8,5/litre)	5,017	503	33 (6,6/litre)

* Toutes durées de traitement aux ultrasons confondues.

** Incluant les fibres, les faisceaux de fibres et les agrégats de chrysotile.

TABLEAU XII - MÉTHODE INDIRECTE - INFLUENCE DE LA DURÉE DU TRAITEMENT AUX ULTRASONS SUR LE NOMBRE DE PARTICULES (PAR LITRE) OBSERVÉES AU MICROSCOPE.*

Membrane	Durée du traitement aux ultrasons (minutes)										
	1	2	3	5	7	10	15	20	30	50	120
07				2757			1422		2980		6039
18		5532					8776		8617		7925
27	3470					6202		11009			6158
60			15482		16514					40346	48703
60 Spéciale					29428				39142		46286
09				972			516		1672		2302
09 Spéciale					520				1330		2163
30	1000					1000		1733			7550
61			1873		7333					7389	16777
01				82			153		518		619
14		190					167		178		502
22	114					342		161			917
62			524		313					130	944

* Incluant les fibres, les faisceaux de fibres et les agrégats de chrysotile.

TABLEAU XIII - MÉTHODE INDIRECTE - INFLUENCE DE LA DURÉE DU TRAITEMENT AUX ULTRASONS SUR LE NOMBRE DE PARTICULES (PAR LITRE) OBSERVÉES AU MICROSCOPE.*

Membrane	Durée du traitement aux ultrasons (minutes)										
	1	2	3	5	7	10	15	20	30	50	120
07				0,45			0,23		0,49		1,00
18		0,69					1,10		1,01		1,00
27	0,56					1,00		1,78			1,00
60			0,32		0,34					0,83	1,00
60 Spéciale					0,63				0,85		1,00
09				0,42			0,22		0,73		1,00
09 Spéciale					0,24				0,61		1,00
30	0,13					0,13		0,23			1,00
61			0,11		0,44					0,44	1,00
01				0,13			0,25		0,84		1.00
11		0,38					0,33		0,35		1,00
22	0,12					0,37		0,17			1,00
62			0,55		0,33					0,14	1,00
Moyenne (Écart-type)		0,365 (0,186)					0,576 (0,420)				

* Incluant les fibres, les faisceaux de fibres et les agrégats de chrysotile. Les nombres figurant au tableau sont l'expression du rapport $\frac{\text{Teneur en particules après un temps T}}{\text{Teneur en particules après deux heures}}$

conditions, même si les valeurs du Tableau 13 indiquent une tendance à l'augmentation, celle-ci n'est pas systématique. Pour observer une augmentation systématique, il faudrait s'affranchir de l'hétérogénéité de distribution des fibres à la surface de la membrane et se mettre dans les conditions d'expérience où les membranes seraient préparées par la méthode appelée "indirecte spéciale". Il semble important de faire observer qu'en cas de traitement de longue durée (deux heures) les teneurs en particules sont en moyenne seulement trois fois plus élevées que dans le cas d'un traitement de courte durée (jusqu'à 7 minutes). Ce chiffre doit être comparé à l'augmentation de 50 fois lors du passage de la méthode directe à la méthode indirecte avec deux heures de traitement aux ultrasons.

À Montréal, l'augmentation était beaucoup moins marquée et à peine perceptible.

On a déjà vu que les ultrasons pouvaient libérer de courtes fibrilles. Séparent-ils les fibres des longs faisceaux de chrysotile? On peut en douter aux vues des résultats rapportés au Tableau 14. Comme il existe en général une relation certaine entre le diamètre des faisceaux et leur longueur, les longs faisceaux contiennent beaucoup de fibres et la séparation de leurs fibres devrait produire un grand nombre de fibres plus fines, comme les "fibres de Stanton" dont la proportion devrait augmenter significativement avec la durée de traitement aux ultrasons, ce qui n'est pas le cas. Cette observation est importante dans la mesure où elle tend à démontrer que la méthode indirecte préserve les larges particules de chrysotile.

TABLEAU XIV - MÉTHODE INDIRECTE - INFLUENCE DU TRAITEMENT AUX ULTRASONS SUR LA NATURE DES OBSERVATIONS AU MICROSCOPE.* POURCENTAGE DES PARTICULES OBSERVÉES CLASSÉES "FIBRES DE STANTON"

Membrane	Durée du traitement aux ultrasons										
	1	2	3	5	7	10	15	20	30	50	120
07				6,5			2,3		1,07		0,9
18		2,4					2,6		4,5		0,0
27	0,0					0,0		2,5			6,5
44											4,7
55											0,0
60			1,6		3,0					1,5	5,9
60 Spéciale					2,0				0,8		1,9
09				3,9			2,3		1,0		5,3
09 Spéciale					0,0				2,2		3,3
30	1,1					0,0		1,0			0,7
47											3,0
56											3,2
61			2,0		0,8					0,8	1,4
Moyenne (Écart-type)			2,12 (1,87)					1,60 (1,20)			2,83 (2,23)

* Incluant les fibres, les faisceaux de fibres et les agrégats de chrysotile.

4 CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

Bien que le but de la présente étude était de couvrir uniquement les aspects méthodologiques, il est intéressant de mentionner plusieurs observations d'une autre nature comme :

(a) l'augmentation dans le temps de la pollution dans les villes minières, mais pas à Montréal;

(b) la pollution plus élevée à Black Lake qu'à Thetford Mines;

(c) la présence exclusive de larges particules de chrysotile dans les villes minières.

Sur le plan méthodologique, malgré le faible nombre de membranes analysées par les deux méthodes, les caractéristiques comparées de ces deux méthodes sont perçues comme suit :

Méthode directe

(a) Peu fiable à cause du caractère incertain de la réussite de la préparation de l'échantillon-réplique.

(b) Meilleure limite de détection que celle de la méthode indirecte, ce qui permet d'observer une plus grande aliquote et, par conséquent, de décrire les entités morphologiques et dimensionnelles moins fréquentes.

(c) Peut conduire à une sous-estimation des particules fines.

(d) Ne permet pas d'étudier séparément l'amiante et les autres particules associées, ce qui oblige à l'utilisation des dimensions cylindriques, peu spécifiques.

(e) Apparemment non utilisable à Montréal, ce qui est dommage, car les données de la présente étude ne peuvent pas être comparées.

Méthode indirecte

(a) Fiable.

(b) Fournit des échantillons-répliques de qualité sur lesquels les particules d'amiante sont présentées sous une forme permettant leur description microscopique.

(c) Conduit certainement à une surestimation des teneurs en fines particules.

(d) L'abondance des fines fibrilles de chrysotile confère à la méthode une limite de détection élevée dans le cas des entités morphologiques et dimensionnelles les moins fréquentes.

Par ailleurs, cette étude ne conclut pas à une influence déterminante de la durée du traitement aux ultrasons sur les teneurs en fibres et la nature des observations au microscope. Deux heures aux ultrasons peuvent presque tripler les teneurs en fines fibrilles. Cet effet, qui peut être masqué par une hétérogénéité dans la localisation des particules sur la membrane, est faible comparé à l'effet "méthode" observé lors du passage de la méthode directe à la méthode indirecte. Comme il a été montré par d'autres (13), de courtes durées de traitement aux ultrasons affectent peu la granulométrie des particules de chrysotile.

Les résultats différents obtenus par les deux méthodes peuvent s'expliquer de la façon suivante : étant donné la structure du chrysotile, tout échantillon de poussières de chrysotile contient naturellement une proportion élevée de fines particules. La méthode directe a tendance à sous-estimer ces fines particules, soit parce qu'elles sont agglomérées à d'autres particules, soit parce qu'elles n'ont pas été "répliquées" dans le film de carbone. Au contraire, les grandes particules qui subissent moins l'effet de masquage et sont mieux répliquées, même si elles sont moins fréquentes, sont bien révélées par la méthode directe qui a une bonne limite de détection.

Lors de la préparation des membranes filtrantes par la méthode indirecte, on génère un grand nombre de fines particules de chrysotile (particules "agglomérées" à de la matière organique, particules se détachant des faisceaux de chrysotile ou des autres poussières). À cause du protocole de numération, ces fines particules monopolisent l'effort analytique au détriment de l'observation des entités morphologiques et dimensionnelles les moins

frèquentes, comme les larges et longues fibres et les faisceaux de chrysotile qui, même s'ils peuvent perdre de fines fibrilles faiblement liées, ne semblent pas dissociés par le traitement aux ultrasons. Or, pour des considérations biologiques, il importe d'analyser correctement ces entités (14).

Dans ces conditions, nous proposons de réaliser l'étude principale en abaissant le seuil de détection de la méthode indirecte afin d'analyser correctement les longues fibres. Pour ce faire, les modifications suivantes seront apportées au protocole de la méthode indirecte (2) :

- augmentation et standardisation de la densité de filtration sur les filtres Nuclepore^{R};

- durée de traitement aux ultrasons limitée à 7 minutes;

- réduction à 10 000 du grandissement d'observation des préparations;

- analyse limitée aux particules dont la longueur dépasse 5 microns;

- augmentation du nombre d'ouvertures analysées afin d'atteindre la limite de détection d'une particule/litre.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

1. NADON, B., (1983).
Étude de l'amiante dans l'air ambiant des villes minières du Québec. Document justificatif.

2. SÉBASTIEN, P., (1984).
Étude de l'amiante dans l'air ambiant des villes minières du Québec. Proposition technique soumise à Environnement Canada.

3. STEEN, D., GUILLEMINA, M.P., BUFFAT, P. and LITZISTORF, G., (1983).
Determination of asbestos fibres in air. Transmission electron microscopy as a reference method. Atmospheric Environment, 17 No. 11, 2285-2297.

4. GIBBS, G.W. t ROWLANDS, N., (1980).
Étude d'essai visant à établir les techniques s'appliquant à la mesure de l'exposition des habitants des villes d'extraction du minerai d'amiante et de ceux des villes témoins au Québec. Université McGill, Montréal.

5. CHATFIELD, E.J., (1983).
Methods of fibre measurement in ambiant air. In "Fibrous Dusts-Measurement, Effects, Prevention", proceedings of the 1982 conference in Strasbourg, pp. 33-63. VDI-Berichte 475, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf, 1983.

6. SÉBASTIEN, P., (1980).
Ambient air monitoring for asbestos using the analytical transmission electron microscope. Third colloquium on dust measuring technique and strategy. Asbestos International Association, Cannes, 10-12 juin 1980.

7. BRUCKMAN, L. and RUBINO, R.A. (1978).
Monitored asbestos concentration in Connecticut. Journal of the Air Pollution Control Association, 28, 1222-1226.

8. LEBEL, J., (1983).
Communication personnelle.

9. SÉBASTIEN P., BILLON, M.A., JANSON, X., BONNAUD, G. ET BIGNON, J., (1978). Utilisation du microscope électronique à transmission analytique (META) pour la mesure des contaminations par l'amiante. Arch. Mal. Prof., 39-229-248.

10. MIDDLETON, A.P., and JACKSON, E.A., (1982).
A procedure for the estimation of asbestos collected on membrane filters using transmission electron microscopy (TEM). Ann. occup. Hyg., 25:4, 381-391.

11. TAYLOR, D.G., BARON, P.A., SHULMAN, S.A. and CARTER, J.W., (1984).
Identification and counting of asbestos fibres.
Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 45, 84-88.

12. STANTON, M.F., LAYARD, M., TEGERIS, A., MILLER, E., MAY, M., MORGAN, E. and SMITH, A., (1981). Relation of particle dimension to carcinogenicity in amphibole asbestoses and other fibrous minerals. JNCI, 67, 965-975.

13. SPURNY, K.R., STROBER, W., OPEILA, H. and WEISS, G., (1980).
On the problem of milling and ultrasonic treatment of asbestos and glass fibres in biological and analytical applications. Am. Ind. Hyg. Assoc. J., 41, 198-203.

14. WALTON, W.H., (1982).
The nature, hazards and assessment of occupational exposure to airborne asbestos dust: a review. Am. occup. Hyg. 25:2, 117-247.